アブストラクト

第19回真空に関する連合講演会の講演

13p-3

核融合装置第一壁材料のス パッタリング実験装置の開 発 (真空技術賞受賞記念講演)

曾根和穂 (日本原子力研究所核融合研究部)

小宮宗治 (日本真空技術K. K.)

(昭和53年12月10日受理)

Development of an Experimental
Apparatus for Ion Sputtering
of First Wall Materials
in Fusion Devices

Kazuho SONE* and Souji KOMIYA

(*Japan Atomic Energy Research
Institute, Tokai-mura, Ibaraki-ken)

(**ULVAC Corporation,
Chigasaki-shi, Kanagawa-ken)

(Received December 10, 1978)

核融合装置がJT-60のような大型トカマクによって臨
界プラズマ条件を目指すようになるにつれ、プラズマと
真空壁との相互作用が特に不純物対策という観点から大
きくクローズアップされるようになってきた。原研では
このような問題を解明するため1975年に低エネルギー
スパッタリング試験装置を日本真空技術㈱と協力して完
成させた。本装置は従来の装置になかったいくつかの特
徴を持っている。第1にスパッタリング収率の測定にオー

ジェ電子分光法を用いた高感度相対測定方式を採用して
いる。第2に0.1~6 keV 範囲の安定した低エネルギー
イオンビームを得るためにビーム輸送系を特に注意して
設計している。すなわち空間電荷効果によるビームの拡
がりを抑えるために1~12 keVで高速輸送する。第3に
オイルフリーの差動排気方式を用いて試料室内の圧力は
 10^{-9} Torr 台の超高真空中に達する。第4に水素によるス
パッタリング収率の測定精度を上げるために、90° 磁場
偏向による質量分離を行った後に試料をイオン衝撃す
る。第5に超高真空中で試料の並進・回転・加熱等を行
うことができる。これらの点について詳細に説明した
後、本装置を用いて得られた最近の研究成果を、①モリ
ブデンのスパッタリング収率の測定②黒鉛の化学的ス
パッタリング収率の測定③スパッタ粒子の放出角度分布
の測定④イオンビーム衝撃による表面侵食の観察⑤ス
パッタリング収率のイオン照射量効果の5つに分けて述べた。

末筆ながら本装置の開発に当り終始激励して頂いた森
茂、小幡行雄、吉川允二、白形弘文、田島輝彦 (以上原
研)、五明義夫 (東芝総研) の各氏、設計・製作・実験に
協力して頂いた成沢忠氏 (現ニューヨーク州立大) に謝
意を表明する。

〔文 献〕

本装置については以下の論文に詳しい。

- 1) 曾根, 他: 真空, **20** (1977) 136.
- 2) O. Tsukakoshi, et al.: JAERI-M 6331 (1975).
- 3) T. Narusawa, et al.: Proc. 7th IVC & 3rd
ICSS (International Union for Vacuum Science,
Technique and Applications, 1977) p. 371.
- 4) K. Sone, et al.: Proc. Int. Symp. on Plasma
Wall Interaction (Pergamon Press, 1977) p. 323.

13p-6

イオンエンジンシステム用 テストスタンド

平田正紘, 戸田義継, 町田和雄

工藤 勲, 村上 寛 (電総研)

(昭和54年1月25日受理)

Teststand for Ion Engine Systems

Masahiro HIRATA, Yoshitsugu TODA,

Kazuo MACHIDA, Isao KUDO

and Hiroshi MURAKAMI

(Electrotechnical Laboratory,

5-4-1 Mukodai, Tanashi, Tokyo, Japan)

(Received January 25, 1979)

人工衛星の軌道や姿勢を制御する目的で、水銀燃料の電子衝撃型イオンエンジンを研究中である。昭和57年には宇宙実験する計画であり、衛星搭載イオンエンジンシステム (IES) の試験用に既設のテストスタンドを改造した。

1. IES の総合性能の確認のため、エンジン室を大きくし、IES は衛星搭載時とほぼ同一状態で試験できるようにした。

2. イオンエンジン IE とコレクタの距離が短いことにより、噴射水銀イオンビームの中和が不完全で、かつ、IE 付近の圧力が高くなったため、チャンバ本体を長くするとともに、拡張部にも LN シュラウドを追加した。

3. IES の長時間試験のため、テストスタンドは IES データ処理装置と連結した。

4. IES の電磁干渉試験のため、エンジン室はシールド室内に設置した。

5. ホローカソード等の部品試験用に、補助エンジン室を追加した。

などが主な改造点である。到達圧力は改造前とほとんど変化ないが、IES 試験中の圧力は $1.5 \sim 2 \times 10^{-6}$ Torr で以前の $\frac{1}{2} \sim \frac{1}{4}$ に下げることができた。荷電粒子の加速電極への逆流は著しく小さくなり、IE はより安定に動作するとともに、加速電極の消耗は肉眼では認められなくなった。

13p-7

パルス型プラズマエンジンの 噴射ガス方向分布

村上 寛, 平田正紘 (電総研)

(昭和54年1月25日受理)

Angular Distribution of Exhaust Gas

from Pulsed Plasma Thruster

Hiroshi MURAKAMI

and Masahiro HIRATA

(Electrotechnical Laboratory,

5-4-1 Mukodai, Tanashi, Tokyo, Japan)

(Received January 25, 1979)

人工衛星の姿勢や位置を長期間、高精度に制御する目的で、テフロンを燃料としたパルス型プラズマエンジンの開発を進めている。燃料のテフロンはパルス状の放電により分解酸化して噴射される。噴射ガスによる人工衛星の汚染の問題を最小限にするため、まず噴射ガス付着物の方向分布測定と分析を行なった。

アルミニウム製コレクタ (78 cm $\times$ 120 cm) をエンジンから 28 cm の位置に配置し、コレクタ上の付着物の厚みと分布をマイクロメータと光の干渉を用いて測定した。エンジンの放電エネルギーは 1 回の放電当たり 2.25 J で、燃料のテフロンは十数 μ g づつ分解して噴射される。

付着物の厚みは、エンジンを 100 万回動作させると中心部で $\sim 11 \mu$ (1 回の放電当たり ~ 0.1 A), 周辺で $\sim 0.3 \mu$ に達すること、及び、量的にほとんどの付着は中心部の 20 cm $\times$ 20 cm に集中することが判明した。

付着物は黒褐色を呈し、赤外光はよく透過するが、紫外光は吸収の大きいことがわかった。付着物とテフロンは大幅に異なった赤外吸収スペクトルを示しており、テフロンは一度小さい分子に分解した後コレクタに付着したと考える。付着物は CH 結合の吸収があり、これは噴射ガスと残留ガスとの衝突等により生じたと考えられるので、宇宙空間の清浄真空下における噴射ガスによる汚染はチャンバ中での試験より小さくなるであろう。

13p-8

アルミニウムを用いた 超高真空系

石丸 肇, 堀越源一 (高エネ研)

簗田和之 (石川島播磨)

(昭和53年12月15日受理)

Ultrahigh Vacuum System
with Aluminum
Hazime ISHIMARU*,
Gen'ichi HORIKOSHI*

and Kazuyuki MINOWA**

(*National Laboratory for High Energy
Physics, Oho-machi, Tsukuba-gun, Ibaraki-ken)

(Received December 15, 1978)

超高真空系(高真空も含め)の金属材料としてステンレス鋼が一般的であるが、最近アルミニウムが注目されつつある。陽子シンクロトロンビームパイプをステンレス鋼からアルミニウムに置き換えると、ブースター(500 MeV)や主リング(12 GeV)のエネルギー領域では、運転停止後～100時間経過した時の残留放射能がステンレス鋼の場合の1/10～1/100に減少する¹⁾。入射器であるリニアック(20 MeV)の領域では、ステンレス鋼は強く放射化し、ほとんど減衰しないのに比べ、アルミニウムの場合は全く放射化しない²⁾という特長を持っている。電子ストレーリングではビームパイプの冷却が必要であること、パイプ断面形状が複雑であることなどから、熱伝導が良く、押し出し加工が容易で、完全非磁性、軽量、安価なアルミニウムが注目される。最近加熱可能(150℃連続)のアルミニウム合金(6063-T6)製の真空パイプ、あるいは成型ペローズに、アルミニウム超合金(2219-T87)製のフランジを溶接した真空チェンバーを、コイルスプリング(インコネル 750)内蔵のアルミニウムOリング(Helicoflex)で真空シールする超高真空システムが開発された³⁾。

アルミニウムフランジ表面は硬質アルマイト処理がなされ、同様の処理がなされたボルトナットによる締めつけ、又はクイックカプリングによる容易な締めつけが出来る。625φの円型、625×625の角型も可能である。簡単な洗滌と150℃、24時間加熱で Q_0 値として $10^{-11} \sim 10^{-12}$ Torr·l/s·cm²が得られ、従来のステンレス鋼の超高真空系と置き換えることが可能となった。

〔文 献〕

- 1) H. Hirayama: 2nd Symp. on Acc. Sci. & Tech. INS (1978).
- 2) 石丸, 平山: KEK-ASW-151 (1978).
- 3) H. Ishimaru: Journal Vac. Sci. & tech Nov/Dec. (1978).

13p-12

球型校正ドーム内の圧力
分布測定 (II)

北条久男, 小野雅敏, 中山勝矢
(電総研)

(昭和54年1月20日受理)

Pressure Distribution
in a Spherical Chamber
for Calibrating Gauges (II)

Hisao HOJO, Masatoshi ONO
and Katsuya NAKAYAMA

(Electrotechnical Laboratory,
5-4-1 Mukodai, Tanashi, Tokyo, Japan)

(Received January 20, 1979)

筆者等は、流量法を用いて $10^{-2} \sim 10^{-7}$ Pa 領域における真空度標準の確立を目指す研究の一環として、直径30 cmの球型校正ドームと新たに開発した高精度流量計により、 $\pm 2\%$ より良い精度の真空計校正システムを実現した。この系による校正の確度をさらに向上させるために球型ドーム内の圧力測定を行い、これと気体の挙動に関する考察結果とを比較した。

球型容器内壁の単位面積から単位立体角への脱離ガス分子数が $nv/4$ であるという単純化した仮定のもとで球内の圧力関連量の分布を計算した。ここで n は気体導入量 Q とオリフィスコンダクタンス C とによって与えられる圧力 p を kT で除した値で、 $\bar{v}$ は分子の平均速度である。壁へ入射する分子はすべて吸着されてから上述の率で脱離するとしたとき、閉じた系では、気体密度、仮想微小面における圧力および分子入射頻度のいずれもが球内で一様であり、平衡状態にある理想気体の値と一致する。しかし、実際の校正ドームのように流れのある系では、ガスの流入口、排気口に近づくにつれ、これらの値は平衡状態より大きくずれる。各々の円形開口の中心垂線上での圧力関連量の計算値はほぼ実測に近い値となった。

従って、球型校正ドーム内においても圧力の値は一様ではない。しかし、球壁面への気体分子入射頻度はガス入射が余弦則に従う場合はその位置によらず厳密に一様となり、 Q , C で与えられる p に対応した値となる。

TaC フィールドエミッショ ン特性の残留ガス依存性

北条久男, 小野雅敏, 中山勝矢

(電総研)

(昭和54年1月20日受理)

Residual Gas Pressure
Dependence of TaC
Field Emission Characteristics
Hisao HOJO, Masatoshi ONO
and Katsuya NAKAYAMA

(Electrotechnical Laboratory,
5-4-1 Mukodai, Tanashi, Tokyo, Japan)

(Received January 20, 1979)

筆者はこれまでに、比較的低温で使用する真空計測用熱陰極ならびに、高輝度を得るために高温での使用が要求される電子顕微鏡、電子ビーム露光機、各種電子分光装置等の熱陰極に遷移金属 (Ti, Zr, Hf, Ta, Nb) の炭化物を応用し、W陰極を凌ぐ性能を得ている。

現在、高輝度用電子銃の陰極として最も期待されている電界放射型陰極への応用を TaC で試み、従来実用化されている W より良い性能が得られている。陰極は Ta の電界放射陰極をエチレンを含む混合気体中で短時間昇温して作製する。先端部は太さ約 $0.5\ \mu\text{m}$ 、長さ $1.5\ \mu\text{m}$ のような結晶となり、比較的容易に望ましい形状に出来る。放射電子像は4回対称で8カ所の明るい部分から構成されており、冷電界放射 (CFE) としては 10^{-7} Torr 台、熱電界放射 (TFE) では 10^{-6} Torr 以下の圧力で安定に動作する。TFEとして動作中に 10^{-6} Torr 台の種々 (O_2 , H_2O , CO , H_2 , C_2H_4 , Ar等) の気体を導入しても放射電子像の基本的形状には殆ど影響はない。陰極の寿命は $10^{-7} \sim 10^{-8}$ Torr の比較的高い圧力で、3000時間以上ある。オージェ電子マイクロアナライザーの電子源として搭載した試用実験では、加速電圧 $2.5\ \text{kV}$ 、tip 温度、 1650°K で総放射電流は約 $150\ \mu\text{A}$ 得られ、磁界型電子レンズ (対物レンズ) 1段のみを使用し、約 $500\ \text{\AA}$ 以下の分解能で分析が可能になっている。

14a-4

二酸化炭素凝縮層への水素 の吸着

荒川一郎*, 小林正典**, 辻 泰**

* 日本真空技術, ** 東大生研
(昭和53年12月20日受理)

Sorption Characteristics of Hydrogen
on Condensed Carbon Dioxide Layers.

Ichiro ARAKAWA*

Masanori KOBAYASHI**
and Yutaka TUZI**

(*ULVAC Corporation,
Chigasaki-shi, Kanagawa-ken)

(**Institute of Industrial Science, University
of Tokyo, Minato-ku, Tokyo-to)

(Received December 20, 1978)

適当な条件の下で低温面に凝縮させた二酸化炭素は、多孔質層を形成し、水素やヘリウムに対する吸着媒として使用できる事が知られている。その吸着特性を明らかにするため、低温における、 CO_2 凝縮層上での H_2 の等温吸着線を測定した。測定は、低温面 (面積 $10\ \text{cm}^2$) の温度をヒーターにより制御できるクライオスタットを、超高真空装置に装着して行った¹⁾。等温吸着線の測定温度は $4.8 \sim 17.2\ \text{K}$ 、 H_2 平衡圧力の測定下限は $5 \times 10^{-7}\ \text{Pa}$ であった。この実験に用いた CO_2 凝縮層の生成条件は、生成温度 $10.7\ \text{K}$ 、生成速度 $6.3 \times 10^{-4}\ \text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ 、凝縮量 $1.3 \times 10^{-1}\ \text{Pa} \cdot \text{m}^3$ である。

等温吸着線の一部に吸着状態にある H_2 の凝縮現象を示すと思われる顕著な立上りが観測された。この現象は、低温面温度が約 $8\ \text{K}$ 以下、吸着量 $\text{H}_2/\text{CO}_2 \geq 0.3\ \text{mol/mol}$ で現われ、その時の H_2 の平衡圧力は $1.2 \times 10^{-6}\ \text{Pa}$ であった。臨界温度 ($T_c \approx 8\ \text{K}$) は、 H_2 の三次元の凝縮に対する値 ($T_{3c} = 33.2\ \text{K}$) に比べて小さく、相対圧力も 1 に比べて十分小さいことから、この凝縮は二次元凝縮と考える事ができる。さらに、臨界温度の比 (T_{2c}/T_{3c}) の値 (≈ 0.25) は、希ガス等の二次元凝縮の場合 ($T_{2c}/T_{3c} = 0.3 \sim 0.4$) と近い値を示す²⁾。また、理論的に導かれた H_2 の二次元凝縮の臨界温度 $T_{2c} = 8.4\ \text{K}$ ³⁾ とよい一致を示している。

[文 献]

- 1) I. Arakawa, M. Kobayashi and Y. Tuzi: J. Vac. Sci. Technol., to be published.
- 2) J. G. Dash: *Films on Solid Surfaces* (Academic Press, New York, 1975) p. 125.
- 3) R. L. Siddon and M. Shick: J. Low Temp. Phys. **17** (1974) 489.

新型油拡散ポンプの開発

伊東 孝, 森田晋作, 小田切耀
(真空器械工業)

(昭和53年12月14日受理)

Development of New Oil Diffusion Pump
Takashi ITOH, Shinsaku MORITA
and Akira ODAGIRI

(Shinku Kikai Kogyo Co., Ltd.
2-6, Minami-001 3-chome
Shinagawa-ku Tokyo Japan)

(Received December 14, 1978)

真空蒸着装置など工業設備に主として用いる油拡散ポンプについて、消費電力や高さを変えずに吸気口を拡げることによって性能アップを図ることに着目し、その設計方法を開発した。ここでは一例として、18吋の同じ吸気口径の従来の円筒型ポンプと比較しても格段に優れた性能が得られたので報告する。

ジェットの構成は4段型、ボイラーは油面より上にも加熱部分を持ち、ヒーターは内挿式でパワースの少ない形状をしている。主な性能は排気速度9200 l/s 到達圧力 1×10^{-7} Torr、臨界背圧 0.3 Torr で従来型の同一口径のものと比較して消費電力が少なく、高さが短いにもかかわらず優れた性能を有している。内部ジェットの形状は実験から最良のものをみつけた。トップジェットの大きさすなわち、ジェット径と吸気口の比は従来型のそれよりも大きい所に最大排気速度を与える条件があった。油バック量は現在測定中であるが、実験中の状況から判断して、従来型以下と思われる。従来型の同一口径の市販ポンプと比較して所要電力は、やく60%であった。小型で運転コストが安いという特長を持った本ポン

HD- 450 外形図 (-部断面)

プは、大型の蒸着装置等を設備する際にそのメリットを発揮すると思われる。

平行細管型指向性真空計と 気体脱離現象の測定

小林正典, 辻 泰 (東大生研)

(昭和53年12月20日受理)

Directional Vacuum Gauge
with Multi-capillaries
and the measurements
of Gas desorption Phenomena.

Masanori KOBAYASHI
and Yutaka TUZI

(Institute of Industrial Science,
University of Tokyo,
7 Roppongi, Minato-ku Tokyo)

(Received December 20, 1978)

真空系内に大容量排気速度の面または局所的な気体放出源がある場合、系内気体の運動は非等方的なものとなる。このような系の解析を実験的に行うには各場所での流束の方向依存性を測定することが必要となる。高指向性の検出方法としてクライオコリメーター法¹⁻⁴⁾があるが、ここで述べる方法は真空計容器に細管をとりつける簡便な方法で系内での移動を容易にしたものである。

系内に局所的気体放出源がある場合の検出器の特性を解析し、指向性 (S/N) を次のように定義した。

$$(S/N) = (q_0 + q)(aK + A_B K_B) / QaK$$

但し、気体放出源から直接検出器に入射する分子のうち細管内壁と衝突することなく入射する分子の流量を q_0 、衝突後入射するものを q 、容器壁等と衝突した後検出器に入射するものを Q とする。 a, k は細管の断面積および Clausing 係数、 $A_B K_B$ は排気口での排気速度 S_B を用い $4S_B/\bar{v}$ である。細管の長さ、管径、排気速度について (S/N) を計算によって求め細管の有効性を明らかにした。この型の検出器を製作し、Si(111) 面から熱脱離する H_2 の脱離速度の角度依存性の測定に適用した。

〔文 献〕

- 1) 小林, 辻: 第17回真空連合講演予稿集 (京都, 1976) 35.
- 2) M. Kobayashi et al.: 7th IVC & 3rd ICSS (Vienna, 1977) 1023.
- 3) M. Kobayashi & Y. Tuzi: 25th AVS Symp. (San Francisco, 1978) to be presented.
- 4) S. Komiya, Y. Sugiyama, M. Kobayashi and Y. Tuzi; *ibid.*

14a-9

分子線型の放出ガス量測定

小宮宗治*, 杉山康夫*, 小林正典**
辻 泰** (日本真空技術, 東大生研)
(昭和53年12月20日受理)

A Direct-Molecular-Beam Method
for Mass Selective Outgassing
Rate Measurement
Souji KOMIYA*, Yasuo SUGIYAMA*,
Masanori KOBAYASHI**
and Yutaka TUZI**
(*ULVAC Corporation,
2500 Hagisono, Chigasaki)
(**Institute of Industrial Science,
University of Tokyo, Minatoku, Tokyo)
(Received December 20, 1978)

放出ガス量測定範囲が $10^{-1} \sim 10^{-6} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{m}^{-2}$ ($10^{-4} \sim 10^{-9} \text{ Torr} \cdot \text{l} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{cm}^{-2}$) で、試料から放出された気体と真空容器内のバックグラウンドとを区別することができる指向性を持った検出器を備えた放出ガス量測定装置が試作された。2.4 Kに冷却された円筒状の極低温面（クライオコリメーター）により、検出器（四重極型質量分析計）と測定される試料とは隔離されている。試料から放出した気体は、クライオコリメーターのスリットを通して検出器側に導かれる。

試料として、一辺が30mm程度の板あるいは径30mm程度の円板であれば使用できる。そのために従来よりひろい範囲の材料の小試料についても測定が可能になった。

放出ガス量と検出量の信号電流の間の較正がアルゴンと窒素について行われた。その検出器を使って典型的な測定例として SUS-304L とモリブデンの室温における初期排気およびモリブデンの 500°C 加熱中の放出ガス量の測定が行われた。

14p-1

極高真空における諸問題

(特別講演)

埴 輝雄 (阪大工)
(昭和53年12月15日受理)

Problems in Extreme High Vacuum
Teruo HANAWA

現在 10^{-10} Torr の真空度は実用領域となっているが、更に低い圧力の実用化が表面、宇宙、核物理等の諸分野で強く要求されるに至っている。そこで 10^{-11} Torr 以下の圧力領域に対し極高真空、XHV なる名称を与えて、 $10^{-8} \sim 10^{-11}$ Torr の超高真空、UHV と区別することは有意義であると考えられる。

まづ XHV に到達するための問題点を論じ、液体 He を用いたクライオポンプのみが XHV で利用し得る唯一の排気手段であることを示した。実は、XHV 技術に於ては排気よりも計測の方に問題が多いのである。真空計としては残留ガスを電子衝撃してイオン化する型式が用いられるが、XHV の測定限界を決定する因子は軟 X 線効果以外に電極の電子、イオン衝撃によるガス放出が重要となる。これらの効果を少なくするには出来るだけ感度係数の大きいゲージを使用すべきであると言える。当然質量分析計のイオン化室にも充分な配慮が必要となる。勿論電子放出源をコールドカソード化する努力も払われねばならない。

次の問題は真空ゲージの絶対値校正法である。 10^{-10} Torr までは動的膨張法が適用し得るが、XHV 領域で確実な減圧比を得る手段は、距離の自乗に反比例して密度が減少することを利用する分子ビーム法以外には無い。この場合、ゲージは分子流束を測ることになるであろう。XHV 領域に於ては maxwell 分布より不均一な分子流の方が重要となり通常の意味における圧力の概念は無意味になり得る。我々の為すべきことは XHV 計測の基準を与えるテストチェンバーを至急製作することに尽きるが、XHV を志向した表面研究の重要性も強調されねばならない。

14p-2

アルミニウム表面のアルゴン放電洗浄

水野 元, 山口 博, 堀越源一
(高エネ研)

(昭和53年12月20日受理)

Argon Glow Discharge Cleaning
for Al Surface.

Hajime MIZUNO, Hiroshi YAMAGUCHI,
and Geichi HORIKOSHI

(National Laboratory
for High Energy Physics,
Oho-machi, Tsukuba-gun, Ibaraki-ken)
(Received December 20, 1978)

フォトンファクトリーの光源である電子ストレージリング (2.5 GeV, 500 mA) のドーナツ主材料であるアルミニウムについて、アルゴン放電洗浄の試験を行った。放電に伴う η (100 eV の電子に対するガス分子放出確率, molecules/electron) の減少を測定した。 η は電子ストレージリングの電子ビームによる圧力上昇を決めるパラメータである。

試料にはアルミ板を円筒状にまき、表面処理として、トルエンによる脱脂と 150°C, 24時間の加熱排気を加えた後、アルゴン放電を行った。放電は試料中心に陽極をおき、アルゴン圧、 1×10^{-2} Torr, 放電電圧 330 V, 放電強度は 1×10^{16} ions/cm²・min で最長 8 時間の放電を加えた。 η の測定はアルゴン導入を止め、系内の圧力が 1×10^{-7} Torr 以下に回復した後、100 eV の電子衝撃を加え圧力上昇から η を求めた。校正されたマスフィルタによって $M=2, 28, 40$ の最も大きい 3 種のガスについて測定した。放電前には $\eta=0.1$ 程度を示すが 8 時間のアルゴン放電により、 $\eta < 10^{-6}$ ($M=28$), $\eta \approx 5 \times 10^{-5}$ ($M=2$), $\eta \approx 5 \times 10^{-5}$ ($M=40$) まで減少する事がわかった。 $M=40$ は、アルゴン放電によりアルミニウム表面にうめ込まれたアルゴンの再放出による。8 時間の放電後では各種ガスの η -値のうち、このアルゴン再放出によるものが最大である。アルゴンの η -値は放電停止後、 $t^{-0.6, 0.7}$ に比例して減少する。前記の η -値は停止後 1 時間の測定値である。

ヘリウムによる放電洗浄をアルゴンと同一条件で試みたが得られた η は約 1 桁大きい。

以上の結果から電子ストレージリングの表面処理としてアルゴン放電洗浄を行った場合、 η -値として $1 \sim 2 \times 10^{-5}$ を得られると推定される。フォトンファクトリーでは η -値、 1×10^{-6} を目標としているがこの値の実現には、電子ビーム自身による、いわゆる Self-cleaning が重要である事がわかった。

14p-6

DAPS 法による金属表面の観察

西守克己, 徳高平蔵, 高島克己
(鳥取大工)

(昭和53年12月15日受理)

Disappearance Potential Spectroscopy
Study of Metal Surfaces
Katsumi NISHIMORI,
Heizo TOKUTAKA,
and Katsumi TAKASHIMA

(Dept. of Electronics, Faculty of Eng.
Tottori Univ., Koyama, Tottori)

(Received December 15, 1978)

標準的な表面分析装置として用いられている CMA 型 AES 装置および LEED-AES 装置を利用し、容易に DAPS (Disappearance Potential Spectroscopy) 装置に、それぞれ改良でき、良好な S/N 比が得られることを多結晶 Ti 試料で示し、また Inconel 600 合金表面の AES と DAPS による直接比較について報告した。

Single-pass CMA 装置 (パリアン社製) による DAPS の信号レベルは、我々の場合 4 枚グリッド型 LEED 光学系の装置による DAPS の信号レベルの約 1/4 であった。これは CMA 分析器の補獲立体角が 10% で、LEED 光学系では 50% であることによるものと思われる。この DAPS 法では、一次電子ビーム電流が数 μ A でも十分な感度をもって測定できることを、Ti 多結晶試料で示し、in-situ で容易に AES と比較できた。また従来の SXAPS (軟 X 線出現電圧分光) 法に比べ、一次電子電流が数十～数百分の 1 となり、表面損傷が少なくなる。

AES と DAPS とにより、in-situ で Inconel 600 合金の表面を観察した。準備されたままの表面では、双方とも C および Cr が非常によく検出されるが、DAPS では O の感度が AES よりも低かった。Ar 衝撃後のアニール (500°C, 1 時間) した表面では、C による汚染物がほとんどなくなり、DAPS スペクトル上に表われた弾性散乱電子の回折効果により、アニールによる Inconel 表面の結晶粒の粗大化がみられた。

14p-7

Auger スペクトルにおける種々の Auger 信号強度の比較——タングステン上の炭素——

川野 宏, 後藤敬典, 石川和雄
(名工大)

(昭和54年1月10日受理)

Comparison of Intensities
of Various Types of Auger Signal
in Auger Electron Spectra
—Carbon on Tungsten—

Hiroshi KAWANO, Keisuke GOTO
and Kazuo ISHIKAWA

(Dept. of Fine Measurements,
Nagoya Institute of Technology,
Gokiso-cho, Showa-ku, Nagoya 466)

(Received January 10, 1979)

Auger 電子分光法では、信号強度として通常微分スペクトル $N'(E)$ における主ピークのピーク間振幅 (A) を用いている。これはピーク形状が変化しない場合には都合がよい方法であるが、化学効果の含まれる場合等には検出原子数にはほぼ対応すると考えられるエネルギー分布 $N(E)$ のピーク面積 (S) を探る方が適当である。

本研究ではタングステン上の炭素の KVV Auger スペクトルについて、上記の A のみならず、第1及び第2副ピークの振幅 (A_1 及び A_2) をも A と合計した量 (T) 並びに $N(E)$ における Auger ピークの高さ (H) についても、 S に対する比例性を実験的に調べた。電子分光装置は CMA 型であった。エネルギー分布はロックイン増幅器の出力を積分して求め、その Auger ピークのベース線は直線で近似した。

次の二つの過程につき観測を行った。(1) 約 2×10^{-7} Pa の真空中でタングステンリボン表面を 3 keV, 15 μ A, 径約 0.1 mm の電子ビームで長時間に亘り衝撃。この場合炭素は初期にはカーバイド状で成長し、最終的にはグラファイト状になった。(2) 長時間衝撃した表面を常温から 2500 K まで 100~200 K おきに昇温。この場合には炭素は約 1000 K でグラファイト状からカーバイド状に急変し、次いで漸減の後 2500 K で消失した。これらの過程における A , T 及び H を S の関数として描いた結果、 S に対する比例性は H , A , T の順に悪化すること、又カーバイドとグラファイトとでは、観測される炭素原子数が同一でも、カーバイドの方がグラファイトよりも、 H では約 1.5 倍、 A では約 3 倍、 T では約 4 倍強い信号として観測されることが見出された。

14p-9

Fe-Cr 合金の真空中酸化に関する研究

石黒勝彦 (東大・大学院), 本間禎一,
田中彰博 (東大生研)

(昭和54年1月20日受理)

A Study on the Oxidation
of a Fe-Cr Alloy in a Vacuum
Katsuhiko ISHIGURO*, Teiichi
HOMMA** and Akihiro TANAKA**

(*Graduate School, University of Tokyo)

(**Institute of Industrial Science,
University of Tokyo)

(Received January 20, 1979)

超高真空技術の分野で、放出ガス量の少ない材質と表面処理法を見出すことが求められている。本研究は、超高真空装置の構造材料であるステンレス鋼の表面処理に関する基礎研究として進めているものである。

従来の表面処理は、洗浄と酸洗を含む前処理とその後のガス出し (ベーキング) 処理が主であり、最近、表面清浄化のためにグロー放電も行われている。これらの処理後の表面については良く分かっていないが、酸化状態であることが予測される。そこで、ステンレス鋼の基本系である Fe-18Cr 合金についてガス出し処理時に対応する温度と酸素圧中の酸化挙動について調査した。

酸化は、マスフィルターで酸素分圧を制御しながら一定圧 ($10^{-5} \sim 10^{-3}$ Pa) に保持して加熱 (400~700°C) して行った。

表面を AES 分析と反射電子線回折により調べた結果、高温側でコランダム型の Cr 富化酸化物が形成し、低温側でスピネル型の Fe 富化物が形成すること、およびコランダム→スピネルの遷移温度領域が酸素圧低下と共に下がる傾向を示すことが明らかになった (Fig. 1 参照)。図中 ■ 印は弗硝酸による酸洗の後に、ガス出しを行った場合で、NaCl 型の酸化物形成が確認された。□印はコランダム型 (α -Fe₂O₃) であった。

放出ガスの制御のためには、ガスが吸・脱着する表面の酸化状態を明らかにする必要がある。

Fig. 1

14p-10

ISS による Si(111), Si(100), および Ag(111) 表面の観察

齊藤光親, 生地文也, 尾浦憲次郎
埴 輝雄 (阪大工)

(昭和54年1月10日受理)

Studies on Si(111), Si(100)
and Ag(111) Surfaces with ISS
Mitsuchika SAITOH, Fumiya SHOJI
Kenjiro OURA and Teruo HANAWA
(Osaka University Faculty of Engineering
Yamada-kami, Suto Osaka, Japan)
(Received January 10, 1979)

ISS (低エネルギーイオン散乱分光法) が, LEED との組合せによって, 固体表面の原子的構造, 特に吸着構造の解析に非常に有効に利用され得ることが示されている. ISS によって原子配置に関する情報を得ようとする場合, 隣接原子による shadowing 効果を解析するのが最も有望と考えられる.

Si(111) 7, Si(100) 2×1 , および Ag(111) 1 表面について shadowing 効果の程度を見積るために, 結晶の方位によって散乱イオン強度がどのように変化するかを, 350 eV, 1×10^{-8} A/cm² の Ne⁺ イオンビームを用いて調べた. 照射角は 30° に固定し 40° から 90° までの範囲のいろいろな散乱角 θ について実験を行った. この場合, 近似的に非破壊的と見なし得ることが LEED によって確かめられた.

実験の結果, Ag(111) の場合は散乱強度が顕著な方位依存性を示し, $\langle 112 \rangle$ 方位では強く, $\langle 110 \rangle$ 方位では弱かった. しかも, 両者の強度比 ($I_{\langle 112 \rangle} / I_{\langle 110 \rangle}$) は, 散乱角 θ に依存し, θ が 60° 付近で最も小さく (≈ 1.2) 40° あるいは 90° に近づくほど大きくなった ($\approx 5.5(43^\circ)$, $\approx 2.1(88^\circ)$). これに対して Si の場合, (111) 面, (100) 面ともに僅かの方位依存性しか認められなかった.

これらのことから, shadowing 効果は, Ag(111) のような密につまった面においては著しいことが確かめられたが, 一方, Si(111) のようなダイヤモンド構造結晶の (111) 面では顕著には散乱強度の方位依存性に反映されないと考えられる.

しかし, 上記の結果は同種の原子どうしの shadowing

に関してである. Si(111) 面においても Si 以外の吸着原子 (たとえば, Si(111) $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ -Ag における Ag) による shadowing に関しては, それが著るしく実験データに反映される可能性がある.

15a-2

錫の反応性スパッタリング

畑野東一, 坂口幸助, 内田健治
(無機材研)

(昭和53年12月18日受理)

Reactive Sputtering of Tin
Touichi HATANO, Kousu
SAKAGUCHI and Kenji UCHIDA
(National Institute for Researches
in Inorganic Materials 1-1 Namiki
Sakura-mura Niihari-gun Ibaraki, Japan)
(Received December 18, 1978)

反応性スパッタリング法により酸化錫膜を合成するための基礎実験として錫を陰極とした酸素の低圧直流放電を行い, 陰極近傍で発生したイオン種を四重極型質量分析計を用いて測定した. さらに酸素イオンについてはそのエネルギー分布をイオン反射電極 (阻止型エネルギー分析器) と四重極型質量分析計を組み合わせたバンドパスフィルターにより測定した.

スパッタリングにより生じたイオンが質量分析される前に放電気体と衝突する確率を下げるために, 磁束密度 2 kG のペニング型放電を用いることによって 3×10^{-5} Torr の酸素圧下で安定な直流放電を行い, 差動排気系を用いずイオンの質量を分析した. その結果 O^- , O_2^+ , Sn^+ および SnO^+ の四種類のイオンが検出されたが, SnO_2^+ および SnO_2^- なるイオンはいずれも検出できなかった.

一般に金属表面に生じた酸化物膜をスパッタした際に生じる 2 次粒子はイオン化していることが多く, 中性粒子は少ないと考えられるので酸化錫膜の合成は基板上に飛来した Sn^+ , SnO^+ , O^- および中性の O_2 により基板上で行われるものと推定できる.

バンドパスフィルターにより O^- および O_2^+ のエネルギー分布を測定したところ O_2^+ は 0~10 eV 程度のエネルギーを有していることがわかった. これに反し O^- は 0~100 eV 以上まで広がるエネルギー範囲を有しており O^- と O_2^+ はその発生機構に差があると思われる.

原子吸光式蒸着モニター

吉川秀司, 桐谷 仁 (日本真空技術)

(昭和53年12月20日受理)

Deposition rate Monitor Using
Atomic Absorption Spectrometry
Hideshi YOSHIKAWA
and Masashi KIRIYA

ULVAC Corporation,
2500 Hagisono Chigasaki 253)

(Received December 20, 1978)

原子吸光分析を利用した蒸着速度モニターが開発された。この方法では、光源及び光検出部は蒸着槽の外に位置し、光だけが蒸着槽内を通過する。そのため、水晶振動子膜厚計と比較して蒸着物質の蓄積がない、熱の影響を受けないなどの利点がある。また、蒸着元素毎に別な波長の光が使用されるため、合金組成のモニターが容易である。光源にはホーカソードランプが、光検出部にはフィルターと光電子増倍管が使用される。光電子増倍管からの信号はコントロール内で近似計算され、蒸着速度と膜厚が表示される。アルミの蒸着が $0 \sim 300 \text{ \AA/s}$ の範囲でくり返され、3%のばらつきで蒸着速度がモニターされた。低い蒸着速度での測定感度は良く、 $0.1 \text{ \AA/s}$ の測定下限が得られた。

X線二結晶トポグラフ法による結晶格子変形の測定

(真空科学論文賞記念講演)

入戸野 修 (東工大)

(昭和53年12月20日受理)

X-ray Topographic Measurements
on Local Lattice Disturbances in Crystals
Osamu NITTONO

(Tokyo Institute of Technology
Department of Metallurgy)

(Received December 20, 1978)

論文「エピタキシャル膜の局所的格子変形のX線=結晶トポグラフ法による測定」(真空, 第20巻, 第10号, (1977) 351~357)を中心に、X線=結晶トポグラフ法による結晶格子変形の測定を紹介した。

基板単結晶とその上にエピタキシャル成長させた膜との間に誘起される格子歪は、電子デバイスの物理的特性

を支配する重要な因子であり、その場所的な定量測定が要請される。こうした格子変形の測定手段としてはX線回折現象を利用したものが有効であり、最近では単結晶に特有な動力学的回折現象を利用した平行配置の二結晶ディフラクトメーター法により、結晶性の評価あるいは物性研究が高い測定精度で行われている。平行配置の結晶法では波長分散の効果が除かれるために角度に対する高い分解能という優れた特徴があるが、その反面測定中装置全体を秒の精度で安定に保たなければならず、また調べる反射面ごとに第一結晶モノクロメーターの条件を変えねばならず実験法がかなり面倒である。

ところで、実際に我々が電子デバイスの製作上で問題とする格子定数の変化 $\Delta d/d$ は不純物をドーパした Si 単結晶などでは $10^{-5} \sim 10^{-6}$ で、III-V族化合物半導体あるいはエピタキシャル成長が関係するものにいたっては 10^{-4} 以上にも達することがある。したがって、必ずしも高い精度の測定法ではなく、非平行 (+, -) 配置あるいは (+, +) 配置の二結晶法でも十分な結晶性の評価や測定が可能である場合が多い。

本講演では、適当な二結晶非平行 (+, -) 配置を選ぶと結晶格子変形の大きさと場所的な知見とを同時に得ることができること、さらにこの測定法では格子定数の変化 $\Delta d/d$ が $10^{-4} \sim 10^{-5}$ である試料に有効に使える簡便な測定法であることを示すと共に、液相エピタキシャル成長させた磁性薄膜における格子変形の測定に適用した結果を紹介した。

RHEED/AES による SOS の成長過程の観察

清水三郎, 小宮宗治 (日本真空技術)

成沢 忠 (ニューヨーク州立大)

(昭和53年12月15日受理)

The Observation of Early Growth
of Silicon on Sapphire
with RHEED/AES Apparatus
Saburo SHIMIZU*, Souji KOMIYA*
and Tadashi NARUSAWA**

(*ULVAC Corporation)

(**State University of New York)

(Received December 15, 1978)

RHEED/AES 装置は、表面の結晶性と元素組成に関する情報が同時に得られること、および RHEED が表

面の結晶性に関してきわめて敏感に変化し、鋭い回折図形を与える点からも、今後さらに使用される装置と思われる。今回は、この装置に四重極型質量分析計 (QMS) を取り付け、silicon on sapphire (SOS) のエピタキシャル成長過程での表面の結晶性、元素組成および脱離原子の観察を行なった。実験に用いた基板は、(10 $\bar{1}$ 2) CZ サファイアで、裏面に Ta を約 1 μ m 蒸着し、この蒸着した Ta に直接通電して基板の加熱を行なっている。基板を 10 $^{-9}$ Torr の真空中において約 1100°C で 10 分加熱すると、RHEED パターンは 2 $\times$ 1 構造を示すものとなり、AES から不純物は観察されず清浄表面が得られる。このようにして得られた清浄表面に 0.05 Å/s の蒸着速度で Si を蒸着すると、室温~530°C で非晶質、530~580°C で多結晶、580~750°C で (100) Si が成長することが RHEED パターンによりわかる。基板温度 600°C でのエピタキシャル成長の様子を調べると、Si は双晶を伴って成長し平均膜厚 40~50 Å で島の合体が起きること、および島の合体が起きた後も基板から Al が Si 膜表面に拡散することが観察された。さらに基板温度を 750°C 以上にすると、Si の蒸着膜は観察されず、このとき QMS により基板がエッチングされることが推定された。また、Si 蒸着粒子を一部イオン化して蒸着すると約 1% のイオン化によってエピタキシャル温度は約 150°C 低下することが確認された。

15p-3

イオンビームスパッタ法により作成した Ta 薄膜の電気的性質と含有不純物の関係

小川倉一，滝口勝美，塩山忠義

松田浩身，植村悌二（大工技研）

（昭和53年12月20日受理）

The Relation between Electrical Properties
and Absorbed impurities
of Ta Films Prepared
by Ion Beam Sputtering

Soichi OGAWA, Katsumi TAKIGUCHI,
Tadayoshi SIOYAMA, Hiromi MATUDA
and Teiji UEMURA

(Osaka Prefectural Industrial
Research Institute)

(Received December 20, 1978)

イオンビームスパッタ法でバイアス電圧 (V_b) をいろいろ変えて Ta 薄膜を作製し、それらの付着速度ならびに結晶構造、比抵抗 (ρ)、抵抗温度係数 (TCR) を測定した。さらにイオンマイクロアナライザーにより含有不純物を分析し、それらの結果と V_b との関連性について検討した。

V_b が大きくなるに従って、ターゲット表面でイオン化された Ta イオンが基板方向に引きよせられる割合が増えるため、付着速度は増加 ($V_b = 75$ V 付近で最大となりそれ以上では逆スパッタ現象の影響が現れるため減少する。

結晶構造は V_b が大きくなるとともに α -Ta $\rightarrow$ α -Ta + β -Ta $\rightarrow$ β -Ta のように変わっていく。

比抵抗は V_b が大きくなるとともに増大し、それに対して TCR は V_b とともに減少し零に近ずいていく。

またイオンマイクロアナライザーによる Ta 薄膜の分析結果では H, C, O, N, Na, Mg, Si, K, Ca, Ti, Cr, Fe, Cu 等が観測されたが Ta ターゲットの化学分析では Mg, K, Ca, Na は検出されていないのでイオンマイクロアナライザーで測定中に混入したものと考えられる。従って上記の元素以外の不純物元素と V_b の関連性は、H, N, O のように常温で気体の元素は V_b が大きくなるとともに減少し、C, Si のように電気的性質が半導体的で、スパッタイルドの小さい元素は V_b にあまり依存しない。又 Al, Cr, Fe, Ti のような金属元素は V_b が大きくなると共に減少し $V_b = 300$ V 付近で極小となりそれ以上では増加する。このように含有不純物元素のバイアス電圧依存性が現れる原因としては Ta 薄膜の作製中に Ta ターゲットからスパッタされた不純物原子やその表面付近に存在するガスがイオン化され、バイアス電圧の作用によって Ta 薄膜内に混入するプロセスと Ta イオンや Ar イオンが基板をボンバードして、その結果 Ta 薄膜がスパッタされ同時に膜内の不純物もスパッタされるプロセスの組合せと考えられる。

15p-4

CdS 薄膜の光導電性におよぼす Cu 不純物の影響

柴田久雄，宮長博昭（近畿大）

武田 薫（福岡工大）

（昭和53年12月16日受理）

Influences of Cu Impurity
on Photoconductivity in CdS Thin Films

Hisao SHIBATA*, Hiroaki
MIYANAGA* and Kaoru TAKEDA**

(*Kyushu Faculty of Engineering,
Kinki University, Iizuka, Fukuoka 820)

** (Department of Physics, Fukuoka
Kogyo University, Waziro, Fukuoka)

(Received December 16, 1978)

CdS 薄膜は近年太陽エネルギーの変換素子として注目されている。ここでは CdS 薄膜の光導電性におよぼす Cu 不純物の影響について調べた。試料はすべて、真空度 5×10^{-6} Torr, 基板温度 150°C で膜厚約 $5 \sim 6000 \text{ \AA}$ ぐらいに蒸着し、さらにその表面に不純物として Cu を蒸着した。(光感度は) 焼なまし温度が 300°C , 400°C で30分間熱処理した試料では不純物のドーピング量に関係なく低く一定であった。しかし、 500°C で30分熱処理した試料では、著しいドーピング量依存性が認められた。(光感度は) Cu のドーピング量が原子数%で $2 \sim 6\%$ の範囲で光感度の大きなものが得られる。ドーピング量が 4% の試料では、 1000 lx の

光照射において、明電流と暗電流の比が $2 \sim 3 \times 10^4$ 倍に達した。ドーピング量が 6% 以上では光感度は急激に低下し 8% 以上のドーピング量では光導電性はほとんど認められない。また、光導電性に重大な影響をおよぼすライフタイムについて調べた。それによるとライフタイムは 6% ぐらいまではほぼ一定であるが 6% 以上では急激にライフタイムは減少する。このことにより Cu の不純物原子は、多くなると再結合中心として働きライフタイムを減少し、そのため光導電性を著しく低下させるものと考えられる。分光感度特性の測定結果によると、Cu 不純物の影響と見られる $5400 \text{ \AA}$ から $6000 \text{ \AA}$ の波長範囲にわたって光導電性を示す広いピークが認められた。このピークの高さはドーピング量が多いほど顕著で Cu 不純物の影響であることが確認できた。このことより Cu 不純物を CdS 膜にドーピングすることによって、価電子帯から価電子帯の上約 0.4 eV ぐらいにわたって、不純物準位が形成され、それによって光導電性が増すものと考えられる。

15p-6

反応性イオンプレーティング法による高速度鋼へのTiN コーティングについて

綱沢栄二, 稲垣賢一郎, 山中久彦
(大阪府立工業技術研究所)

(昭和53年12月20日受理)

TiN Coatings on High Speed Steels
by Reactive Ion-Plating Process
Eiji TSUNASAWA, Kenichiro INAGAKI
and Kyuhiko YAMANAKA

(Osaka Prefectural Industrial Research
Institute, Nishi-ku, Osaka)

(Received December 20, 1978)

チタン窒化物のすぐれた性質に着目し、工具への応用を目的として、反応性イオンプレーティング法によって高速度鋼に TiN 皮膜をコーティングして耐摩耗性の改善をはかった。本実験では皮膜の生成におよぼす諸因子の中で、窒素分圧 TiN プローブ電流および処理温度の影響を検討するとともに、TiN コーティングした高速度鋼の耐摩耗性を調べ焼入焼戻したままの非コーティング材と比較した。実験方法は直流二極方式のイオンプレーティング装置に若干の改良を加え、蒸発源と基板の間にプローブをそう入し、それに25~40Vの直流正電圧を印加することによって、電子ビームの一次電子および熔融チタン上の二次電子を引きよせプローブと蒸発源の間に放電によるプラズマを形成させた。このプラズマ空間において蒸発チタンと窒素ガスとの反応を促進せしめ化合物の生成を容易にした。TiN 皮膜生成の条件を検討した結果、電子ビーム電力2.2 kW、窒素分圧 (P_{N_2}) を 9.3×10^{-2} Pa、基板温度 $T_s = 500^\circ\text{C}$ と一定にした場合、プローブ電流 $P_c = 60 \sim 150$ mA で TiN 皮膜が得られたが、 P_c が 30 mA 以下では TiN の合成は不充分であり、TiN 生成のためには充分なプラズマの存在が必要である。また、窒素分圧の影響については、 $P_c = 150$ mA、 $T_s = 500^\circ\text{C}$ と一定で P_{N_2} を $1.3 \times 10^{-2} \sim 9.3 \times 10^{-2}$ Pa の範囲で変化させた場合、 P_{N_2} が 4.0×10^{-2} Pa 以下では α -Ti あるいは N を固溶した α -Ti の皮膜が生成され、 $P_{N_2} = 6.7 \times 10^{-2}$ Pa で α -Ti、 Ti_2N 、TiN の混合相、 $P_{N_2} = 9.3 \times 10^{-2}$ Pa で TiN 単相となった。基板温度 $T_s = 200 \sim 500^\circ\text{C}$ の範囲においては、 $P_{N_2} = 9.3 \times 10^{-2}$ Pa、 $P_c = 150$ mA でいずれも TiN が認められたが、 $T_s = 500^\circ\text{C}$ で最高かたさ $H_k \approx 1750$ が得られた。摩擦速度 3.5 m/s、最終荷重 2.1 kg の条件下で摩耗試験(大越式迅

速摩耗試験機)を行ない、 $P_{N_2} = 9.3 \times 10^{-2}$ Pa、 $P_c = 150$ mA、 $T_s = 500^\circ\text{C}$ の試料は未処理材の2.5~3.0倍の耐摩耗性を示した。

15p-7

反応性イオンプレーティングにおける二、三の工業上の応用例

酒井勝弘, 鈴木 明, 中曽根正美
川下安司(神港精機)

(昭和53年12月15日受理)

A Few Examples
of Industrial Application
on Reactive Ion Plating

Katsuhiko SAKAI, Akira SUZUKI,
Masami NAKASONE
and Yasushi KAWASHIMO

(Shinko Seiki Co., LTD., 30, Miyake-cho,
Moriyama-shi, Shiga 524)

(Received December 15, 1978)

高真空型イオン・プレーティング装置¹⁾を使って C_2H_2 、 N_2 などの反応ガス雰囲気中でTiを蒸発させ、イオン化して TiC、TiNをつくる場合、実験室系から量産機への応用上の問題になった(1)イオン入射によって生ずる電子銃の長時間連続稼動不能、(2)膜厚分布の不均一発生及び(3)被処理物の昇温について、次に述べるような方法で解決した。

電子銃へイオンが入射して異常放電を起す原因は、負の高電圧が印加されるフィラメント部の絶縁不良による。従って、イオンがフィラメント部へ入射する前に除去する必要がある。そこで、簡単な静電レンズ系(イオン・トラップと呼ぶ)をつくってイオンを収束し、特定の場所へ導くと異常放電はなくなった。例えば、イオン・トラップをつけない場合には、連続稼動25~30分で電子銃電源入力停止の異常放電を起していたものが、イオン・トラップをつけると2~3時間の連続稼動に於いても全く異常放電を起さなくなった。

また、膜厚分布を良くするために、イオン化した蒸発 Ti^+ の散乱を目的として正電圧を印加した挿入電極(散乱電極と呼ぶ)を設けた。散乱電極を使用しない場合、膜厚の不均一性が $\pm 25\%$ であったものが、使用することにより $\pm 12\%$ に向上した。散乱電極配置のスペースが充分なところでは、蒸発粒子を無駄なく使い、不均一性を

±5%に改善することも可能である。

更に、被処理物の250℃程度の昇温は、 $\sim 10^{-2}$ Torr (1Pa) の Ar ガス雰囲気中で、イオン・ボンバード (1時間) のみで解決できた。

〔文 献〕

- 1) 鈴木 明, 中曽根正美, 川下安司: 第17回真空に関する連合講演会予稿集 (1976) 93

15p-8

Ni-W-Zr 合金の熱処理について

砂原和雄, 三角 明 (日立製作所)
(昭和53年12月10日受理)

Heat Treatment of Ni-W-Zr Alloy

Kazuo SUNAHARA
and Akira MISUMI

(Electron Tube. Diy., Ltd.,
Mobara, Chiba)

(Received December 10, 1978)

Ni, W, Zrという、酸素に対する親和力がそれぞれ異なる金属からなる合金を熱処理したとき、表面近傍でどのような変化が起こるかを、熱処理雰囲気を $10^{-7} \sim 10^{-4}$ Torr の真空中、及び露点 -50°C の大気圧水素中で、温度を $900 \sim 1,100^{\circ}\text{C}$ の範囲で変えて、AES 及び SEMにより調べた。

高真空中 ($\sim 10^{-7}$ Torr) で熱処理した場合は、 900°C ぐらいでは再結晶による表面の平滑化がわずかに認められる程度で、表面形態の変化はほとんどない。しかし、AES によると、表面に Zr が濃縮していることが認められた。 $1,100^{\circ}\text{C}$ になると、結晶粒が大きく成長するほか、粒状の ZrO_2 がところどころに観察されるようになり、表面での金属 Zr の析出、濃縮も増加する。

一方、低真空中 ($10^{-5} \sim 10^{-4}$ Torr) では、 900°C で粒状 ZrO_2 が粒界に沿って析出しているのが観察され、W も酸化して蒸発するので、表面の凹凸が激しくなる。高温になると ZrO_2 が成長し、数も増えて粒界、粒内を問わず全面を覆うようになる。

水素中 900°C の熱処理では、低真空中の場合と同様に粒界に ZrO_2 が析出するが、高温になっても表面形態はあまり変化しない。すなわち、結晶粒がほとんど成長せず ZrO_2 粒も粒界にのみ観察される。

このような観察結果から、この合金の表面付近の変化の機構は、以下のように考えられる。 900°C 以上の加熱

により再結晶した粒界を通して Zr が表面に析出、濃縮される。このとき、雰囲気中の酸素分圧が低いと Zr はすぐには酸化されないで表面を移動し得る。真空度が悪いと酸化速度が速くなり、Zrの表面拡散は抑制されて表面の粒界で酸化され、粒界に沿って ZrO_2 を析出させる。更に水素中のように酸素分圧が高いと、酸素の合金内への拡散速度が Zr の拡散速度を上回り、内部の粒界で ZrO_2 を析出させるので、結晶粒の成長を抑制するものと考えられる。

15p-9

真空熱処理したステンレス鋼の表面性状について

石神逸男, 綱沢栄二, 山中久彦
(大阪府立工業技術研究所)

(昭和53年12月11日受理)

On Surface Properties
of Vacuum Heat Treated
Stainless Steels

Itsuo ISHIGAMI, Eiji TSUNASAWA
and Kyuhiko YAMANAKA

(Osaka Prefectural Industrial Research
Institute, Nishi-ku, Osaka)

(Received December 11, 1978)

表面性状として主に光輝性を取り上げて、それに及ぼす加熱条件、鋼表面の前処理条件、冷却剤および冷却方法の影響を調べた。試料は SUS 304 を主体とし、処理は堅型の外熱式真空焼入炉で行った。種々の焼入冷却剤を用いたが、とくに冷却剤による汚染を防止し、加熱の影響のみを調べるのに真空炉内の水冷部に設置した軟鋼板上に試料を落下させ、真空中で冷却する方法 (金型冷却法) を考案、採用した。光輝度は金属用光学顕微鏡に Si 光電池を取り付けた装置で測定した。タングステン光源からの一定光量を測定面に入射させ、その反射光を光電池で電圧に変換する。処理前後の面で得られた電圧を E_0 , E_1 とするとき $E_1/E_0 \times 100(\%)$ を処理材の光輝度とした。まず金型冷却の場合、(1)保持時間: 30分, 真空度: 5.33 Pa で温度を変化させたときの光輝度は、 950°C 以下では酸化膜が生成し30%以下であるが、その酸化膜は温度上昇に伴って消失し 1050°C で100%に達する。それ以上の温度では肌荒れに基因した光輝度低下が認められた。(2)熱力学的検討から、酸化膜の消失原因は鋼中の固溶炭素による還元であること、還元反応で発生する

CO の平衡圧が高い鋼ほど還元の容易なことを示した。このことを Ni : 0~30, Cr : 12~26% の13種類の鋼を用いて立証した。(3)表面の加工状態を変えた試料を真空加熱すると、切り欠き傷の消失や平滑化が起り光輝度は110~150%を示した。(4)付着油脂は光輝度には全く影響しない。(5)700, 900℃で30分大気酸化したスケールは完全に消失したが、同時に鋼の炭素量は相当に減少した。

つぎに冷却剤を用いた場合(1)水や水溶液を冷却剤とするときは光輝度は非常に悪い。(2)焼入油のときは相当に良好であるが、条件によっては冷却途上の油中で浸炭が起り、煤の析出を伴い光輝度は著しく低下する。この現象は焼入温度からガス冷却後、約900℃で油冷に移行する二段冷却法で完全に防止でき、その光輝性はきわめて良好であった。

編 集 後 記

20年もまえから、米国真空協会 AVS の年会のシンポジウムトランスアクションは、真空研究者にとって大変に貴重な文献だった。完全な論文とは言えなくても、科学技術上の新しい情報の交流は、全体の進歩に非常に役立つものである。そのため、最近では国際会議も多く、その度ごとにトランスアクション、或いはプロシーディングスと呼ばれる報告書類が出版されている。

真空に関する連合講演会は提唱されて以来、多くの方々の努力によって続けられ、昨年で第19回を迎えるに至った。我が国の真空科学・技術の発展に大いに寄与してきたと思う。

数年まえから、この連合講演会の内容を、もっときちんとした形で残そうではないかという話が出てきた。つまり、米国真空協会のように活版印刷の報告集を刊行したいというわけである。予稿集では、あとで引用して討論を積み重ねるのに充分ではないという考え方である。今後の真空科学・技術の進展のためにはプロシーディングスの刊行は是非実現したいということになった。

1974年の国際会議の際には、JJAPのSupplementの形で出版された。今度の場合も、「真空」誌の別冊の形にするか、その1号をあてるか議論の分かれるところであろう。J. Vac. Sci. Tech.を参考にして、今月号のように特集号の体裁で、その1号をあてることにした。他にも、英文表題を入れるか否か、何時提出してもらうのか、速報扱いでよいのかどうか、査読の方法、アブストラクトの扱い、版の組み方、1件の長さ等々、初めての企画なので検討すべきことが多い、研究部会と編集部会との間で話し合いが続けられ、多数の方々の力によってやっと実現に至った次第で、大変嬉しい。

第一回なので至らぬ点があると思う。もっと充実させるためには是非ご意見をお寄せ頂きたい。(中山勝矢)

昭和54年3月15日 印刷
昭和54年3月20日 発行
(毎月1回20日発行)

真 空 (第22巻・第3号)

頒価 900円 (送料実費)

禁 転 載

発行人 富 永 五 郎

発 行 所

東京都港区芝公園3丁目5番
8号 機械振興会館512号室

日 本 真 空 協 会

電 話 (431) 4395番
(434) 8211 内線398

振替口座東京 67153番

印 刷 所

東京都新宿区天神町78

小宮山印刷工業株式会社

定期購読料金

一カ年10,800円(送料共)